



## Pupuk anorganik hara makro campuran





## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	1
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi .....	1
4 Syarat mutu .....	1
5 Cara pengambilan contoh.....	2
6 Persiapan contoh .....	2
7 Cara uji .....	2
8 Pengemasan .....	12
9 Syarat penandaan .....	12
Bibliografi .....	13



## Prakata

Keberhasilan produksi pertanian melalui kegiatan intensifikasi tidak terlepas dari kontribusi dan peranan sarana produksi, antara lain pupuk. Selama ini untuk mendukung perkembangan sektor pertanian khususnya subsektor tanaman pangan dan hortikultura Pemerintah menyediakan dana subsidi pupuk utama (Urea, SP-36 ZA dan KCI). Namun dengan adanya krisis ekonomi yang berkepanjangan Pemerintah pada Desember 1998 mengeluarkan kebijaksanaan pencabutan subsidi pupuk dan pembebasan tataniaga pupuk.

Dampak kebijaksanaan tersebut pada jangka pendek telah menyebabkan terjadinya kelangkaan pupuk dan kenaikan harga pupuk ditingkat petani, penghapusan subsidi pupuk tersebut mengakibatkan harga pupuk menjadi mahal, sehingga petani berusaha mencari alternatif untuk membeli pupuk yang harganya terjangkau. Pupuk "alternatif" yang dimanfaatkan petani tersebut pada umumnya diproduksi oleh Usaha Kecil Menengah (UKM). Saat ini di Indonesia terdapat  $\pm 750$  merek pupuk yang diproduksi oleh  $\pm 400$  produsen pupuk UKM yang kebanyakan berkembang di wilayah Jawa dan Sumatera.

Seiring dengan semakin pesatnya perkembangan produsen pupuk UKM, di daerah banyak timbul permasalahan terutama banyaknya pupuk yang diperdagangkan dengan kandungan hara tidak sesuai dengan labelnya dan di lain pihak nama "alternatif" telah menjadi permasalahan tersendiri yaitu terciptanya situasi yang dikotomis dengan dalam pemasaran pupuk utama yang pada akhirnya menimbulkan polemik yang memprihatinkan.

Di samping hal tersebut pemakaian pupuk produksi UKM dikhawatirkan dapat merugikan petani karena akan menurunkan produktifitas tanamannya sedangkan di lain pihak Pemerintah berkepentingan terhadap UKM pupuk dan memberikan peluang seluas-luasnya untuk meningkatkan kemampuan produksinya. Untuk keberhasilan pengembangan dan menumbuhkembangkan industri UKM pupuk yang berkualitas perlu adanya pembinaan dan perangkatnya antara lain berupa standar mutu yang diterbitkan secara resmi sebagai acuan dalam bentuk Standar Nasional Indonesia (SNI). Standar Nasional Indonesia (SNI) dengan judul Pupuk anorganik hara makro campuran disusun untuk digunakan sebagai acuan bagi produsen yang mampu memproduksi pupuk dengan hara makro minimal 10% dalam bentuk cairan dan 30% dalam bentuk padatan di samping kandungan unsur mikro sehingga dapat dinyatakan bahwa produk tersebut memiliki keunggulan dibandingkan jenis pupuk lainnya.

Standar ini telah dibahas dalam rapat-rapat teknis pada bulan Juli 2001, dan rapat prakon pada bulan September 2001 di Jakarta, serta terakhir dibahas dalam rapat konsensus pada tanggal 12 Nopember 2001 di Jakarta. Hadir pada rapat tersebut wakil-wakil dari produsen, konsumen, asosiasi, lembaga uji, BSN, Pustan Departemen Perindustrian dan Perdagangan, IDKM dan Instansi terkait lainnya.



Standar ini disusun oleh PT. Sucofindo sebagai anggota Pantek Industri Kimia Hulu departemen Perindustrian dan Perdagangan.







## Pupuk anorganik hara makro campuran

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan persyaratan mutu pupuk anorganik hara makro campuran.

### 2 Acuan normatif

SNI 02-2803-2000, *Pupuk NPK padat*.

SNI 02-2805-1992, *Pupuk kalium klorida*.

SNI 19-2896-1998, *Cara uji cemaran logam dalam makanan*.

Association Official Analytical Chemist (AOAC). 1995. Horwitz.

### 3 Istilah dan definisi

#### 3.1

#### pupuk anorganik hara makro campuran

pupuk anorganik yang mengandung hara utama N, P, dan K yang dilengkapi unsur-unsur mikro seperti tembaga, kobal, seng, mangan, molibden dan boron

CATATAN Sesuai bahan baku yang digunakan pupuk anorganik hara makro campuran terdiri dari pupuk berbentuk padat dan cair.

### 4 Syarat mutu

Syarat mutu pupuk anorganik hara makro campuran adalah sebagaimana Tabel 1 berikut:

**Tabel 1 Persyaratan mutu pupuk anorganik hara makro campuran cair**

No	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1	Jumlah Kadar (Nitrogen total + $P_2O_5$ total + $K_2O$ )	%	min. 11
2	Masing – masing kadar		
2.1	Nitrogen total	%	min. 2
2.2	$P_2O_5$ total	%	min. 2
2.3	$K_2O$	%	min. 2
3	Kadar unsur mikro		
3.1	Tembaga (Cu)	ppm	2 – 3
3.2	Kobal (Co)	ppm	0,25 – 0,35
3.3	Mangan (Mn)	ppm	18 – 22
3.4	Seng (Zn)	ppm	3 – 5
3.5	Molibden (Mo)	ppm	1 – 2
3.6	Boron ( B )	ppm	18 – 22
4	Logam berat		
4.1	Hg	ppm	maks. 0,2
4.2	As	ppm	maks. 5
4.3	Cd	ppm	maks. 1
4.4	Pb	ppm	maks. 5
5	Biuret	%	maks. 1



Tabel 2 Persyaratan mutu pupuk anorganik hara makro campuran padat

No	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1	Jumlah Kadar (Nitrogen total + $P_2O_5$ total + $K_2O$ )	%	min. 30
2	Masing – masing kadar		
2.1	Nitrogen total	%	min. 6
2.2	$P_2O_5$ total	%	min. 6
2.3	$K_2O$	%	min. 6
3	Kadar unsur mikro		
3.1	Tembaga (Cu)	ppm	6 – 8
3.2	Kobal (Co)	ppm	0,9 – 1,1
3.3	Mangan (Mn)	ppm	50 – 60
3.4	Seng (Zn)	ppm	10 – 12
3.5	Molibden (Mo)	ppm	3 – 5
3.6	Boron ( B )	ppm	50 – 60
4	Logam berat		
4.1	Hg	ppm	maks. 0,2
4.2	As	ppm	maks. 5
4.3	Cd	ppm	maks. 1
4.4	Pb	ppm	maks. 5
5	Biuret	%	maks. 1

## 5 Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19 – 0428 – 1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan* atau SNI 19 – 0429 – 1989, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*.

## 6 Persiapan contoh

### 6.1 Contoh padatan

Lakukan pembagian contoh dengan cara komposit hingga diperoleh contoh untuk analisa  $\pm 0,5$  Kg.

Tumbuk sebagian contoh  $\pm 0,2$  Kg hingga lolos ayakan No. 80 (ASTM)

### 6.2 Contoh cairan

Contoh diaduk hingga homogen sebelum dianalisa, bila contoh mengandung gumpalan  $\geq \pm 1$  cm<sup>3</sup> contoh harus dihaluskan bila perlu dengan penumbukan hingga diperoleh contoh yang benar – benar homogen.



## 7 Cara uji

### 7.1 Total nitrogen cara Kjeldahl

#### 7.1.1 Prinsip analisa

Nitrogen dalam contoh dihidrolisis dengan asam sulfat membentuk senyawa amonium sulfat. Nitrat dengan asam salisilat membentuk nitrosalisilat, kemudian direduksi dengan natrium tiosulfat membentuk senyawa amonium. Suling senyawa amonium dalam suasana alkali dengan penampung hasil sulingan larutan asam borat. Titrasi dengan larutan asam sulfat sampai warna hijau berubah menjadi merah jambu.

#### 7.1.2 Pereaksi

- Larutan asam sulfat – salisilat
- 25 gram salisilat larutkan hingga 1 liter dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat.
- Natrium tiosulfat  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$
- Larutan asam borat 1%
- 1 gram asam borat larutkan hingga 100 ml dengan air suling.
- Larutkan asam sulfat  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 N
- Indikator Conway  
0,15 gram brom cresol green dan 0,10 gram metil merah larutkan hingga 100 ml dengan etanol.
- Larutkan natrium hidroksida  $\text{NaOH}$  40%.
- Air suling.

#### 7.1.3 Peralatan

- Neraca analitis;
- Labu takar 100 ml, 500 ml, 1 liter;
- Pipet gondok 25 ml;
- Labu Kjeldahl;
- Peralatan suling;
- Termometer 300 °C;
- Lumpang porselin penghalus contoh.

#### 7.1.4 Prosedur

- Timbang teliti 0,5 gram contoh yang telah dihaluskan, masukan ke dalam tabu Kjeldahl.
- Tambahkan 25 ml larutan asam sulfat salisilat goyang hingga merata dan biarkan semalaman.
- Esoknya tambahkan 4 gram  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  kemudian panaskan pada suhu rendah hingga gelembung habis. Naikan suhu secara bertahap maksimum 300°C (sekitar 2



- jam) dan biarkan dingin.
- Encerkan dengan air suling, pindahkan ke dalam labu takar 500 ml, kocok dan tepatkan sampai tanda garis
  - Pipet 100 ml masukan ke dalam labu suling, tambahkan 150 ml air suling dan batu didih.
  - Suling setelah penambahan 10 ml larutan NaOH 40% dengan penampung hasil sulingan 20 ml larutan asam borat 1 % yang ditambah 3 tetes indikator Conway Hentikan penyulingan bila hasil sulingan mencapai 100 ml.
  - Titrasi dengan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 N sampai titik akhir titrasi tercapai (warna hijau berubah menjadi merah jambu).
  - Lakukan pengerjaan larutan blanko.

#### 7.1.5 Perhitungan

$$\text{Nitrogen total, \%} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 14,008 \times P \times 100 \%}{W}$$

Keterangan :

- $V_1$  adalah larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang digunakan untuk titrasi contoh, ml  
 $V_2$  adalah volume larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang digunakan untuk titrasi blanko, ml  
 $N$  adalah normalitas larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$   
 14,008 adalah berat atom nitrogen.  
 $P$  adalah faktor pengenceran  
 $W$  adalah berat contoh, mg

#### 7.1.6 Pelaporan

Nyatakan hasil analisa sebagai %b/b nitrogen, laporkan hingga dua desimal.

### 7.2 Total nitrogen cara pembakaran (*Combustion/Gasometri/Dumas*)

#### 7.2.1 Peralatan

##### a. Alat pembakaran (*Combustion*)

Alat pembakaran ("*Combustion*") yang mampu mengukur Nitrogen yang dibebaskan secara total pada temperatur tidak kurang dari 250°C dengan bahan pembantu Oksigen murni ("*high purity*") baik sebagai gas pembawa maupun sebagai gas pelarut.

Detektor yang digunakan adalah *Thermal Conductivity Detector* sebagai pendeteksi Nitrogen.

Alat dilengkapi dengan mikroprosesor yang dapat mengkalibrasi secara otomatis dengan menggunakan bahan baku pembanding ("*standard reference material*").

Perangkat lunak dapat mengkalkulasikan pengurangan nilai blanko, mengatur waktu analisa untuk pengukuran contoh, standar dan blanko, menghasilkan data pengukuran dalam % Nitrogen dalam contoh.



**7.2.2 Bahan baku pembanding**

- Asam nitrat (33.23% N) "Chemical Grade kemurnian 99.7% (SRM No. 913 NIST Garthersburg, MD);
- Amonium Sulfat (21.20% N) kemurnian 99.999% (Aldrich Chemical Co Mil Wankee, Catalog No 20450 1 dapat digunakan);
- Amonium Nitrat (35.00% N) kemurnian 99.999% (Aldrich Chemical co. Catalog No. 25606 – 4 dapat digunakan);
- Amonium klorida (26.18% N) kemurnian 99.99% (Aldrich Chemical co. Catalog No.32637 – 2 dapat digunakan);
- Seluruh bahan pembanding di atas kecuali asam nitrat (a) harus dikeringkan dulu pada 105°C selama 2 jam sebelum digunakan dan disirnap dalam eksikator.

**7.2.3 Persyaratan kinerja alat**

- Alat harus mampu mengukur kadar Nitrogen 1 – 67% N
- Ketelitian harus mencapai  $\pm 0,2\%$  dari kadar Nitrogen yang terkandung dalam bahan baku pembanding secara teoritis dari 10 kali pengukuran dan simpangan baku  $< 0,20\%$  untuk N dalam ammonium nitrat dan  $< 0,10\%$  untuk N dalam amonium sulfat.
- Simpangan baku relatif terhadap pengukuran contoh pupuk yang telah ditumbuk dari 10 kali pengukuran harus mencapai 1%.

**7.2.4 Persiapan alat**

- Siapkan alat sesuai petunjuk dalam buku petunjuk masing masing pabrik pernbuat dan perhatikan hal – hal khusus berikut :
- Keamanan penggunaan seluruh bahan dengan mengacu kepada "Material Safety Data Sheet" masing – masing bahan.
- Sistem ventilasi yang memadai.
- Untuk bahan pembanding padat tambahkan sakarosa halus ke dalam wadah contoh seberat 4 kali berat bahan apabila hanya gas oksigen yang digunakan sebagai gas pembawa
- Hidupkan alat dan atur temperatur tanur hingga 950°C atau suhu yang lebih tinggi sesuai petunjuk penggunaan alat.
- Lakukan kalibrasi alat dengan standar asam urat.
- Atur aliran oksigen dan parameter alat lainnya untuk mencapai pembakaran yang maksimum.
- Gunakan standar amonium nitrat yang dianalisa secara bergantian dengan pengukuran blanko untuk mengukur nilai "recover" dan mencapai kinerja alat yang konsisten sesuai ketentuan pada point 7.2.3.

**7.2.5 Pengukuran nitrogen dalam contoh**

- Letakkan contoh pada wadah yang disediakan oleh produsen alat dengan berat



contoh yang telah ditentukan dalam petunjuk operasi alat tersebut.

- Tanah diatomeae dapat ditambahkan untuk contoh cairan dan tepung sakarosa bila diperlukan.
- Lakukan kalibrasi alat dengan bahan pembanding.
- Periksa selalu ketidaksempurnaan kinerja alat dengan mengukur blanko secara berkala kenaikan nilai pengukuran blanko menunjukkan telah terjadi kegagalan pembakaran pada proses sebelumnya dan lakukan kalibrasi ulang bila hal ini terjadi dan begitu juga bila terjadi perbedaan lamanya waktu yang cukup nyata antara satu pengukuran dan pengukuran berikutnya.
- Bila perlu lakukan pembersihan isi seluruh sistem pembakaran dengan menyemburkannya secara total ke udara terbuka.

Catat dan laporkan hasil pembacaan alat sebagai Total Nitrogen % b/b.

### 7.3 Kadar $P_2O_5$ total

#### 7.3.1 Peralatan

- a. Spektrophotometer visible (dapat beroperasi pada  $\lambda = 400 \text{ nm}$ )
- b. Neraca analisis ketelitian 0,1 mg

#### 7.3.2 Pereaksi larutan molibdovanadat :

- a. Larutkan 40 g amonium molibdat  $4H_2O$  dalam 400 ml aquades panas, dinginkan. Larutkan 2 g amonium metavanadat dalam 250 ml aquades panas, dinginkan, tambahkan 450 ml 70%  $HClO_4$ . Secara perlahan tambahkan larutan molibdat ke dalam larutan vanadat sambil diaduk, encerkan menjadi 2 l.

- b. Larutan standar  $P_2O_5$  100 ppm

Sebelumnya keringkan  $KH_2PO_4$  (52.15%  $P_2O_5$ ) selama  $\pm 2$  jam pada suhu  $105^\circ C$ , dinginkan. Timbang 1,9178 g standar  $KH_2PO_4$ , masukan ke dalam tabung ukur 1 l untuk membuat standar  $P_2O_5$  1000 ppm, encerkan dengan aquades, tera sampai tanda batas dan kocok sampai homogen. Ambil 100 ml dari larutan standar tersebut, encerkan sampai 1000 ml untuk membuat larutan standar 100 ppm  $P_2O_5$ .

#### 7.3.3 Persiapan kurva standar

- a. Buat larutan deret standar  $P_2O_5$  yang mengandung 2,0 mg; 2,5 mg; 3,0 mg; 3,5 mg; 4,0 mg; dan 4,5 mg  $P_2O_5$  dalam labu ukur 100 ml. Caranya, dengan pipet atau buret masukan masing-masing 20 ml, 25 ml, 30 ml, 35 ml, 40 ml, dan 45 ml larutan standar  $P_2O_5$  100 ppm ke dalam labu ukur 100 ml.
- b. Encerkan dengan aquades sampai volume yang sama. Kemudian tambahkan 20 ml pereaksi molibdovanadat dengan buret atau pipet, tera dan kocok. Biarkan 15 menit. Baca pada spektrofotometer dengan  $\lambda = 400 \text{ nm}$ . Gunakan standar 2.0 mg  $P_2O_5$  sebagai



blanko. Buat kurva kalibrasinya.  $X = \text{mg P}_2\text{O}_5$ ;  $Y = \_$ ; absorbans.

c. Tetapkan nilai slope  $\{Y/(X - 2)\}$

#### 7.3.4 Penetapan kadar

- Timbang  $\pm 1$  g contoh, tambahkan 20 ml 30 ml  $\text{HNO}_3$ , panaskan (30 - 45) menit, dinginkan. Tambahkan 10-20 ml  $\text{HClO}_4$  (70-72) %, panaskan perlahan sampai terbentuk asap putih. Jangan dibiarkan kering, berbahaya. Dinginkan, tambahkan 50 ml aquades, didihkan sebentar, dinginkan.
- Pindahkan contoh yang telah dipreparasi ke dalam labu ukur. Untuk contoh mengandung  $\text{P}_2\text{O}_5 \leq 5\%$ , encerkan menjadi 250 ml. Untuk contoh mengandung  $\text{P}_2\text{O}_5 > 5\%$ , encerkan sampai volume tertentu sehingga 5 ml atau 10 ml larutan mengandung (2 - 5) mg  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Kocok dan saring
- Untuk contoh mengandung  $\text{P}_2\text{O}_5 < 5\%$  :  
Pipet 5 ml atau 10 ml larutan contoh ke dalam labu volumetrik 100 ml. Selanjutnya lakukan seperti 7.3.3.point b bila warna larutan lebih muda dari larutan standar  $\text{P}_2\text{O}_5$  yang mengandung 2,0 mg (blanko) tambahkan larutan standar 2,0 mg  $\text{P}_2\text{O}_5$  ke dalam larutan contoh.

#### 7.3.5 Perhitungan

b. Bila larutan contoh telah ditambah 2,0 mg larutan standar

$$\text{P}_2\text{O}_5 \text{ dalam contoh, \% b/b} = \frac{(A/\text{slope}) \times \text{fp} \times 100\%}{W}$$

Keterangan :

- A        adalah absorbans contoh  
 fp        adalah faktor pengenceran  
 w        adalah berat contoh dalam, mg

### 7.4 Kadar $\text{K}_2\text{O}$

#### 7.4.1 Cara serapan atom spektrofotometer

a. Pereaksi

Standar Kalium

- Timbang dengan tepat 1.9103 g KCl yang telah dikeringkan pada suhu 105 °C selama 1 jam.
- Larutkan dengan air bebas mineral dalam labu ukur 1 liter hingga tanda batas (untuk kalium baku 1000 ppm). Buat deret standar (50, 70, 75 dan 100) ppm kalium.
- Pipet larutan 7.2.4. sebanyak 10 ml dan masukan dalam tabu 100 ml dan tetapkan sampai tanda dengan air suling.



- Baca pada fotometer nyala dan sesuaikan dengan larutan baku (50, 75 dan 100) ppm.

b. Perhitungan

$$\text{Kadar K}_2\text{O} = \frac{\text{mg kalium dalam contoh} \times f \times 1.2051}{W \times 100} \times 100 \text{ } \%$$

Keterangan :

Keterangan:

f adalah faktor pengenceran

w adalah berat contoh, gram

1.2051 adalah faktor K<sub>2</sub>O terhadap Kalium

#### 7.4.2 Cara STPB

##### 7.4.2.1 Peralatan

- Neraca Analitik ;
- Buret;
- Erlenmeyer;
- Pipet volumetrik.

##### 7.4.2.2 Bahan

- Larutan formaldehida 37% (p.a);
  - Natrium hidroksida pelet (p.a);
  - Larutan natrium hidroksida ± 20% - Larutkan 20 g NaOH dalam 100 ml aquades;
  - Kristal kristal natrium tetrafenilboron (p.a);
  - Kristal Al (OH)<sub>3</sub> (p.a);
  - Larutan natrium tetrafenilboron (STPB) ± 1,2%;
- Larutkan 12 g NaB (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub> dalam sekitar 800 ml aquades. Tambahkan 20 g -25 g Al (OH)<sub>3</sub> aduk 5 menit, dan saring (kertas whatman no. 42, atau ekuivalen) ke dalam labu takar 1 l.
  - Bilas gelas piala dengan air dan tambahkan, air bilasan ke dalam saringan.
  - Kumpulkan semua filtrat, tambahkan 2 ml larutan NaOH 20%, encerkan hingga tanda batas dengan aquades dan kocok homogen.
  - Diamkan selama 48 jam dan lakukan standarisasi.
    - Kristal benzalkonium klorida (p.a);
    - Larutan benzalkonium klorida (BAC). Larutkan 12,9 g; Alkylbenzyldimethylammonium chloride dengan aquades. Encerkan sampai 2 l;
    - Indikator clayton kuning (titan kuning;. indeks wama No. 19540) (pa);
    - Larutan Indikator clayton kuning 0,04%®- Larutkan 40 mg dalam 100 ml aquades;
    - Larutan standar K<sub>2</sub>O 0,66 mg/ ml = 1000 ppm P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (lihat 7.3.2. b);



#### 7.4.2.3 Standardisasi larutan natrium tetrafenilboron (STPB)

- Pipet 25 ml larutan standar  $K_2O$  0,66 mg/ml ke dalam labu takar 100 ml, tambahkan 2 ml NaOH 20%, 5 ml HCHO, dan 25 ml pereaksi STPB.
- Encerkan hingga tanda batas menggunakan aquades, kocok homogen, diamkan selama 15 menit, dan saring melalui filter kering (Whatman No. 42).
- Pindahkan 50 mL alikuot filtrat ke dalam tabu Erlenmeyer, tambahkan (6 – 8) tetes indikator titan kuning, dan titrasi kelebihan pereaksi dengan BAC.
- Kerjakan blanko, lakukan seperti di atas tanpa contoh.

Hitung faktor titer sebagai berikut :

$$F = \frac{16,59}{2 \text{ (mL blanko – mL contoh)}}$$

- Nilai 16.59 diperoleh jika 1,9175 g  $KH_2PO_4$  (untuk membuat larutan standar  $P_2C_5$  1000 ppm) dilarutkan dan dijadikan 1000 ml dalam labu ukur, diambil 25 rni untuk dianalisa, perhitungannya ;  
 $(BM K_2O/BM 2KH_2PO_4) \times mg KH_2PO_4 \times 25/1000$

#### 7.4.2.4 Penentuan kadar

- Masukkan  $\pm 1$  g contoh dalam erlenmeyer, tambahkan 50 mL  $(NH_4)_2C_2O_4$  4% dan 125 mL aquades, kemudian didihkan selama 30 menit.
- Dinginkan, saring ke dalam labu ukur 250 mL, encerkan hingga tanda batas, kocok homogen.
- Pindahkan 25 mL alikuot larutan sampel ke dalam tabu takar 100 mL dan tambahkan 2 mL NaOH 20%, 5 mL HCHO, dan 25 mL STPB.
- Encerkan hingga tanda batas, kocok homogen, dan diamkan selama 15 menit, kemudian saring melalui kertas saring kering Whatman No. 42.
- Masukkan 50 ml filtrat ke dalam Erlenmeyer, tambahkan (6 -- 8) tetes indikator titan kuning, dan titrasi kelebihan pereaksi menggunakan larutan BAC.
- Kerjakan blanko, lakukan seperti di atas tanpa contoh,

#### 7.4.2.5 Perhitungan

Hitung kadar  $K_2O$  sebagai berikut :

$$\% (b/b) K_2O = \frac{(mL \text{ blanko} - mL \text{ contoh}) \times F \times fp \times 100\%}{mg \text{ contoh}}$$

### 7.5 Unsur mikro

#### 7.5.1 Peralatan

Serapan Atom Spektrofotometer (AAS)

Kondisi operasional alat secara umum disesuaikan lengan petunjuk pengoperasian alat



seperti energi sumber cahaya, tekanan gas dan lain sebagainya.  
Petunjuk khusus dapat mengikuti Tabel 3 sebagai berikut :

**Tabel 3 Petunjuk pengoperasian**

Unsur	$\lambda$ ( Å )	Jenis nyala	Kepekatan unsur dalam larutan, µg/ml
Cu	3247	Udara + C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	2 - 20
Mn	2795	Udara + C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	2 - 20
Zn	2138	Udara + C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	0,5 - 5
Co	2138	Udara + C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	0,5 - 5

#### 7.5.2 Larutan standar

- Larutan induk Cu (1000 ppm)  
Timbang 1000 gram Cu murni, larutkan dalam HNO<sub>3</sub> secukupnya tambahkan 5 ml HCl, panaskan hingga hampir kering, encerkan hingga 1 l dengan HCl 0,1 N.
- Larutan induk Mangan (1000 ppm)  
Timbang 1.582 gram MnO<sub>2</sub> tambahkan 30l HCl 6 N dididihkan dan encerkan hingga 1 l dengan aquades.
- Larutan induk Zn (1000 ppm)  
Timbang 10000 gram logam Zn murni, larutkan dalam 10 ml HCl 6 N, encerkan hingga 1 l dengan aquades.
- Larutan induk Co (200 ppm)  
Timbang 0,0808 gram CoCl<sub>2</sub> 6 H<sub>2</sub>O larutkan dengan aquades, encerkan hingga 100 ml
- Larutan induk Mo  
Timbang 1,29 gram (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.H<sub>2</sub>O dilarutkan hingga 1 liter dengan aquades.
- Larutan standar pengerjaan rutin.  
Lakukan pengenceran larutan induk sesuai kebutuhan dengan HCl 0,5 N. jangan menggunakan pipet < 5.0 ml dan labu, ukur < 25 ml sebagai alat pengencer larutan.  
Buat minimum 4 buah larutan standar untuk pembuatan grafik standar dan harus selalu dibuat baru (fresh) pada setiap pengukuran.

#### 7.5.3 Persiapan larutan contoh

- Pupuk anorganik atau campuran



- Timbang 1.00 gram contoh lolos mesh 60. Tambahkan 10 ml HCl di dalam gelas piala 150 ml, dididihkan hingga hampir kering
- Larutkan residu dengan 50 ml HCl 2 N (panaskan bila perlu)
- Pindahkan ke dalam labu ukur 250 ml tepatkan volume tabu dengan aquades.
- Saring dengan kertas saring dan buang hasil saringan pertama, saringan selanjutnya untuk pengukuran
- Lakukan pengenceran bila diperlukan dengan HCl 0,5 N
- Ukur kandungan unsur Cu, Mn dan Mo dalam larutan contoh dengan AAS sesuai kondisi pengukuran masing – masing larutan standar unsur yang diukur.
- Hitung kandungan unsur dalam contoh dari hasil pengukuran :

$$\% \text{ Unsur} = \frac{(\mu \text{ g / ml}) \times F \times 10^{-4}}{\text{gram contoh}}$$

$$F = \frac{\text{Volume labu akhir}}{\text{Volume larutan yang dipipet}} \times \text{Volume labu pelarutan pertama}$$

b) Persiapan larutan analisa besi dan sang

Timbang 1,00 gram contoh, masukan ke dalam gelas piala 250 ml + 100,00 ml larutan EDTA 2,5% aduk dengan batang magnit pengaduk 5 cm selama 5 menit, saring dengan whatman 41 atau ukuran porositas lain hingga diperoleh saringan jernih. Bila diperlukan pengenceran, encerkan dengan HCl 0,5 N.

c) persiapan larutan analisa Kobal

- Timbang 2,00 gram contoh masukan ke dalam gelas piala 150 ml tambahkan 20 ml asarn ternary (20 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dalam 100 ml HNO<sub>3</sub> dan tambahkan 40 ml HClO<sub>4</sub> 70%), tutup dengan kaca penutup biarkan 1 (satu) malam.
- Panaskan di atas hot plate hingga terbentuk uap putih. Encerkan dengan aquades, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml hingga tanda garis.
- Bila diperlukan pengenceran gunakan HCl 0,5 N dan larutan diukur dengan AAS

## 7.6 Boron

### 7.6.1 Peralatan

- Spektro fotometer
- Pipet presisi;
- Pipet dispenser.

### 7.6.2 Bahan kimia

#### 7.6.2.1 Larutan standar boron

##### a. Larutan induk



Larutkan 0,5716 gram asam borat dalam aquadest dan encerkan hingga tepat 1 liter, kocok hingga homogen dan simpan dalam botol plastik.

b. Larutan standar kerja

Pipet berturut-turut (0; 5; 10; 15; 20; 25; 30 dan 45) ml larutan induk masukan ke dalam Labu ukur 100 ml, tepatkan volume labu dengan HCl 1%, kocok hingga homogen dan pindahkan ke dalam botol plastik (larutan cukup stabil).

#### 7.6.2.2 Larutan pewarna azomethine H

Larutan 0,9 gram Azomethine asetat, 10 gram kalium asetat, 4 gram garam dinatrium nitrilotriasetat, 10 gram Ethylenedinitrilo Tera Asetat, garam-garam tersebut dilarutkan dalam 350 ml asam asetat 10% v/v (dalam H<sub>2</sub>O) kemudian diencerkan hingga 1 liter dengan aquadest. V

#### 7.6.2.3 Larutan penyangga (*buffer– masking*)

Timbang 140 gram amonium asetat, 10 gram kalium asetat, 4 gram garam dinatrium nitrilotriasetat, 10 gram Ethylenedinitrilo Tera Asetat, garam-garam tersebut dilarutkan dalam 350 ml asam asetat 10% v/v (dalam H<sub>2</sub>O) kemudian diencerkan hingga 1 liter.

#### 7.6.2.4 Pereaksi pewarna

35 ml larutan azomethine H dan 75 ml larutan penyangga dimasukan ke dalam labu ukur 250 ml, encerkan hingga tanda garis dengan aquadest dan kocok hingga homogen, larutan harus selalu dibuat baru pada setiap analisa.

#### 7.6.3 Rincian cara kerja

- Timbang 2 gram contoh masukan ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan 30 ml aquadest dan 10 ml HCl pekat, tutup dan kocok selama 15 menit (dengan tangan), tepatkan volume labu dengan aquadest, kocok hingga homogen dan saring hingga diperoleh saringan jernih, saringan ditampung dalam wadah plastik.
- Pipet 100 µl (mikro liter) larutan-larutan standar boron 0 µ/ml sampai dengan 45 µ/ml ke dalam erlenmeyer kecil (10 ml) dan tambahkan larutan pereaksi warna (7.6.2.4) 5.00 ml dengan pipet dispenser atau pipet biasa dengan lebih perlahan homogenkan dan biarkan 1 jam pada suhu kamar.
- Ukur absorbance pada  $\lambda$ 420 nm dengan cuvet 1 cm dan blanko aquadest untuk absorbance = 0
- Koreksi hasil pengukuran dengan pengukuran blanko pereaksi dan buat kurva standar
- Pipet 100 µl (mikro liter) larutan sampel dan diproses seperti larutan standar sampai pengukuran absorbancenya, bila terlalu pekat larutan sampel dapat diencerkan sebelum dipipet (secara kuantitatif) hitung kandungan boron dengan menggunakan kurva standar.

Perhitungan :

$$\% B = \mu B/ml \times \text{faktor pengenceran} \times 100/\text{gram sampel} \times 10^{-6}$$



## 8 Pengemasan

Pupuk anorganik hara makro campuran dikemas dalam wadah yang tidak menimbulkan reaksi dengan isi, kedap udara dan kuat

## 9 Syarat penandaan

Pada tiap kemasan harus dicantumkan : nama produk/nama barang "Pupuk anorganik hara makro campuran", merek dagang, kadar total nitrogen, kadar  $K_2O$ , kadar  $P_2O_5$  dan unsur mikro yang terkandung didalamnya, berat bersih, lambang dan nama produsen. Diberi tanda yang jelas agar dapat dibedakan dengan pupuk yang lain serta petunjuk penggunaannya antara lain pengenceran 200 kali sebelum digunakan untuk pupuk anorganik hara makro campuran cair.





## Bibliografi

PP Nomor 85 Tahun 1999 tentang Perubahan atas PP Nomor 18 Tahun 1999 tentang Pengolahan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun.

Pengantar Fisiologi Turnbuhan, Prof. DR. D. Dwidjoseputro, 1994.



















**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.or.id](mailto:bsn@bsn.or.id)